

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

BSKB
(203)205-8000
0171-1052P
1/8/04
TANIOKA utao

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 1月10日

出願番号
Application Number: 特願2003-003940
[ST. 10/C]: [JP 2003-003940]

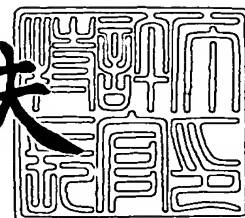
出願人
Applicant(s): 信越化学工業株式会社



2003年 8月22日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3068981

【書類名】 特許願

【整理番号】 14590

【提出日】 平成15年 1月10日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 D21H 19/34

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区大手町 2 丁目 6 - 1 信越化学工業株式会社内

 【氏名】 谷岡 莊治

【発明者】

 【住所又は居所】 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島 2 8 - 1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内

 【氏名】 尾原 栄

【特許出願人】

 【識別番号】 000002060

 【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100079304

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 小島 隆司

【選任した代理人】

 【識別番号】 100114513

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 重松 沙織

【選任した代理人】

 【識別番号】 100120721

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 小林 克成

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003207

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 繊維の改質方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルキル基及び／又はヒドロキシアルキル基によるモル置換度が 0.05～1.0 である低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液に溶解させた溶液を繊維に付着させた後、付着した溶液を凝固することを特徴とする繊維の改質方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、繊維の改質方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、合成繊維に制電性、吸水性を付与したり、あるいは天然繊維の風合い、防縮性を改良する目的で、繊維にビスコースを付着させた後、凝固・再生し、その後、水洗、乾燥して繊維の表面を再生セルロースで被覆することが提案されている。

【0003】

しかし、ビスコース由来の再生セルロースで被覆する繊維改質方法は、セルロースを毒性の強い二硫化炭素で変成することによって作られるセルロースザンテートが苛性ソーダ水溶液に溶かされた溶液、つまりビスコースを繊維に付着させた後、セルロースを凝固・再生する工程を含むため、セルロースザンテートの製造工程及び凝固・再生工程において、製造従事者が二硫化炭素の暴露を受ける問題がある。またこの繊維改質方法では被覆された再生セルロース自体の吸水性が不十分なため、制電性、吸水性、防縮性等の改質効果が十分ではないという問題も残されている。

【0004】

このようなビスコース由来の再生セルロース被覆による繊維の改質の問題を解決する目的で、セルロースそのものを苛性ソーダ水溶液に溶解したものを繊維に

付着させた後、凝固・再生することにより再生セルロースで繊維の表面を被覆する方法が提案されている（特許文献1参照）。

【0005】

しかしこの方法では、低温でセルロースを苛性ソーダ水溶液に溶解させる必要があるほか、原料であるセルロース自体も木材パルプを酸加水分解し、ボールミルで粉碎したものあるいはビスコース等から造られる再生セルロース等、結晶構造を少なくして溶解性を高めたセルロースを使用する必要があるという制約があった。

【0006】

【特許文献1】

特開昭61-252369号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、二硫化炭素に基づく毒性の問題がなく、しかも溶解工程が容易で、かつ従来の再生セルロースで被覆する方法に比べて吸水性、制電性、防縮性等の改質効果に優れた繊維の改質方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】

本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討した結果、アルキル基及び／又はヒドロキシアルキル基によるモル置換度が0.05～1.0の低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液に溶解した溶液を繊維に付着させた後、この付着した溶液を凝固させることにより、二硫化炭素の問題がなく、しかも吸水性、制電性、防縮性等が向上した繊維の加工が可能となることを知見し、本発明をなすに至った。

【0009】

従って、本発明は、アルキル基及び／又はヒドロキシアルキル基によるモル置換度が0.05～1.0である低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液に溶解させた溶液を繊維に付着させた後、付着した溶液を凝固することを特徴とす

る繊維の改質方法を提供するものである。

【0010】

以下、本発明につき更に詳しく説明すると、本発明で用いられる繊維は特に制限はないが、具体的には、ポリエチレン繊維、ポリプロピレン繊維、ポリエステル繊維、ナイロン繊維、アクリル繊維、ビニロン繊維、レーヨン繊維、塩化ビニル繊維、塩化ビニリデン繊維等の合成繊維、あるいは絹、羊毛、セルロース、麻などの天然繊維が例示できる。ここで繊維とは、糸状の繊維、糸状の繊維を織った布、あるいは不織布を含むものである。

【0011】

本発明における低置換度セルロースエーテルは、セルロースを構成しているグルコース環の水酸基の水素原子をアルキル基及び／又はヒドロキシアルキル基で置換したセルロースエーテルのうち、モル置換度が0.05～1.0、好ましくは0.1～0.7のもので、水には溶解しないが、アルカリ水溶液に溶解するものであればよい。上記モル置換度が0.05よりも低いとアルカリ水溶液に溶解しにくくなり、1.0を超えると被覆されたセルロースエーテルの耐水性がなくなり、洗濯時に繊維からの脱落率が大い。

【0012】

このような低置換度セルロースエーテルとしては、例えば、低置換度メチルセルロース、低置換度エチルセルロース等の低置換度アルキルセルロース、低置換度ヒドロキシエチルセルロース、低置換度ヒドロキシプロピルセルロース等の低置換度ヒドロキシアルキルセルロース、低置換度ヒドロキシプロピルメチルセルロース、低置換度ヒドロキシエチルメチルセルロース、低置換度ヒドロキシエチルエチルセルロース等の低置換度ヒドロキシアルキルアルキルセルロース等が挙げられる。

【0013】

本発明の繊維の改質は、上記低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液に溶解させ、この溶液を繊維に塗工又は含浸して付着させた後、必要に応じて遠心脱水機、マングル、ナイフコーティング機等を用いて余分な付着液を除去し、その後付着した溶液を凝固することにより行われる。

【0014】

ここで、アルカリ水溶液としては、苛性ソーダ水溶液、苛性カリ水溶液等が挙げられ、その苛性アルカリ濃度は、使用する低置換度セルロースエーテルの置換基の種類や置換度によって異なるので適宜決定すればよいが、通常は2～25重量%、特に3～15重量%が好ましい。2重量%未満であると低置換度セルロースエーテルが溶解しない場合があり、一方、25重量%を超えると低置換度セルロースエーテル溶液がゲル状となり、その後の塗工・含浸操作が困難となる場合があるからである。典型的な例として、モル置換度0.2の低置換度ヒドロキシプロピルセルロースは、10重量%濃度の苛性ソーダ水溶液に溶解する。

【0015】

一方、このアルカリ水溶液における上記低置換度セルロースエーテルの濃度は、0.5～15重量%、特に1～10重量%とすることが好ましい。

【0016】

溶液の塗工は、ブレードコーター、トランスファーコーター、エアドクターコーター等の塗工機で行うことができ、またプレウェット方式、フロート方式、ドクターバー方式等の含浸機を用いて、繊維を溶液に含浸させればよい。

【0017】

繊維に付着した溶液を凝固する方法としては、例えば付着した溶液を塩水溶液と接触させて凝固させる塩析凝固法、酸水溶液と接触させて凝固させる中和凝固法等が挙げられる。

【0018】

塩析凝固法の場合は、塩化アンモニウム、硫酸アンモニウム、硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム、硫酸亜鉛、硫酸マグネシウム、リン酸ナトリウム、リン酸アンモニウム、チオ硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、重炭酸ナトリウム、脂肪酸ナトリウム、ベンゼンスルホン酸ナトリウム等の塩水溶液を用いることができる。塩水溶液の濃度は特に制限はないが、5重量%以上、特に7～40重量%であることが好ましい。この場合、溶液が付着した繊維を上記塩水溶液に浸漬させることによって凝固させることができる。

【0019】

中和凝固法の場合は、塩酸、硫酸等の鉱酸、クエン酸、リンゴ酸、酢酸等の有機酸の水溶液に溶液が付着した繊維を浸漬させればよい。この場合、酸の水溶液濃度は1～20重量%、特に2～15重量%が好ましい。

【0020】

なお、実際に付着した溶液を凝固させる場合は、これらの凝固法を単独で行うことも可能であるが、塩析凝固法と中和凝固法を組み合わせることも可能である。なお、これらの凝固法の組み合わせには、最初に付着した溶液を塩析凝固した後、引き続き中和凝固を行うケース、あるいは塩と酸を含む水溶液中で凝固させるケース等が含まれる。

【0021】

その後、凝固処理された繊維は、水洗して、不純物として含まれる塩を除去した後、乾燥させればよいが、この場合の乾燥方法は、特に限定されるものではない。

【0022】

本発明の繊維の改質方法は、従来のビスコース由来の再生セルロース又はセルロースで繊維を被覆する方法に比べて、吸水性、制電性、防縮性等の改質効果が大きいだけでなく、製造上、特に作業従事者の健康を損なうような有毒物質を扱う必要もない等の利点を有する。また、低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液に溶解させる際に煩雑な操作を行うことなく、単に低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液中に投入し、そのまま攪拌するだけで簡単に溶液を調製できるという利点もある。

【0023】

なお、繊維に対する低置換度セルロースエーテル溶液の付着量は適宜選定されるが、ピックアップ率、つまり〔低置換度セルロースエーテル溶液付着重量／繊維基材重量〕×100が、30～500重量%、特に50～300重量%とすることが好ましい。ピックアップ率が30重量%未満であると繊維への低置換度セルロースエーテルの被覆率が小さく、繊維の改質効果が十分でないおそれがあり、また500重量%を超えると逆に繊維の風合いが悪くなり、また制電性、吸水性などの改質効果も添加量に見合うほど見られない場合がある。

【0024】

【実施例】

以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0025】

[実施例 1～6]

表 1 に示した低置換度セルロースエーテル 3 重量部を 10 重量%の苛性ソーダ水溶液 97 重量部に溶解し、試料液を調製した。次に、ポリエステル布 5 重量部をこの試料液に浸漬させた後、ローラマングルでピックアップ率 108%に絞った。その後、直ちに 10 重量%の硫酸ナトリウムと 10 重量%の硫酸を含んだ水溶液に浸漬して、低置換度セルロースエーテルを凝固させた。続いてこれを十分に水で洗浄した後、乾燥して試料を得た。

【0026】

このようにして得られた試料について、下記試験法に従い、制電性、吸水速度を測定した。結果を表 2 に示す。

【0027】

【表 1】

番号	物質名	置換度	
		メチル基	ヒドロキシプロピル基
A	低置換度ヒドロキシプロピルセルロース		0.18
B			0.26
C			0.35
D			0.50
E	低置換度ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.14	0.14
F	低置換度メチルセルロース	0.21	

【0028】

(制電性[半減期])

JIS L 1094-1980による。

【0029】

(吸水速度)

J I S L 1096-1979の6.26.1B法による。

【0030】

[比較例1]

セルロース換算濃度3重量%、苛性ソーダ濃度6重量%のビスコース100重量部を試料液とする以外は、実施例1～6と同様にして試料を作製し、制電性、吸水速度を測定した。結果を表2に示す。

【0031】

[比較例2]

実施例1～6及び比較例1で使用したポリエステル布自体について実施例と同様にして、制電性、吸水速度を測定した。結果を表2に示す。

【0032】

【表2】

実施例	使用した低置換度 セルロースエーテル	半減期(秒)	吸水速度 (cm/10分)
1	A	9	14.3
2	B	8	14.9
3	C	6	15.3
4	D	6	15.7
5	E	7	14.8
6	F	8	14.6
比較例1		13	12.4
比較例2		60以上	0

【0033】

[実施例7～12]

実施例1～6で調製した試料液に綿布を浸漬させた後、ピックアップ率53%に絞る以外は実施例1～6と同様にして試料を作製し、J I S L 1042-1983に従って収縮率を測定した。結果を表3に示す。

【0034】

[比較例3]

比較例1で調製した試料液を使用する以外は実施例7～12と同様にして試料を作製し、収縮率を測定した。結果を表3に示す。

【0035】

【比較例 4】

実施例 7～12 及び比較例 3 で使用した綿布自体について収縮率を測定した。
結果を表 3 に示す。

【0036】

【表 3】

実施例	使用した低置換度 セルロースエーテル	収縮率(%)
7	A	2.1
8	B	1.8
9	C	1.6
10	D	1.6
11	E	1.8
12	F	2.0
比較例 3		3.3
比較例 4		5.7

【0037】

【発明の効果】

本発明によれば、安全性も高く、また溶解工程が煩雑ではなく、しかも制電性、吸水性、防縮性等の面で良好な繊維改質を行うことができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 アルキル基及び／又はヒドロキシアルキル基によるモル置換度が 0.05～1.0 である低置換度セルロースエーテルをアルカリ水溶液に溶解させた溶液を繊維に付着させた後、付着した溶液を凝固することを特徴とする繊維の改質方法。

【効果】 本発明によれば、安全性も高く、また溶解工程が煩雑ではなく、しかも制電性、吸水性、防縮性等の面で良好な繊維改質を行うことができる。

【選択図】 な し

特願 2 0 0 3 - 0 0 3 9 4 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 0 6 0]

- 1 . 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 2 日
 [変更理由] 新規登録
 住 所 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号
 氏 名 信越化学工業株式会社

- 2 . 変更年月日 2 0 0 3 年 4 月 1 1 日
 [変更理由] 名称変更
 住所変更
 住 所 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号
 氏 名 信越化学工業株式会社